

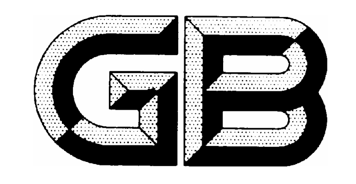
GB 22625 (2008) (Chinese): Prochloraz emulsion,oil in water



BLANK PAGE



ICS 65.100.30
G 25



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

咪鲜胺水乳剂

Prochloraz emulsion,oil in water

（报批稿）

200×-××-××发布　　200×-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会
发布

前　　言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位：南京红太阳集团、南通江山农药化工股份有限公司、东莞市瑞德丰生物科技有限公司、青岛凯源祥化工有限公司。

本标准主要起草人：侯春青、武铁军、刘奎涛、王志敏、李欧燕、温劭。

咪鲜胺水乳剂

该产品有效成分咪鲜胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：prochloraz

化学名称：*N*- 丙基- *N*-〔2-(2,4,6-三氯苯氧基)乙基〕咪唑-1-甲酰胺

结构式:

实验式： $C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$

相对分子质量：376.7(按2005年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

熔点：46.5℃～49.3℃(纯度大于99%)

溶解性(25℃)：水34.4 mg/L，易溶于大多数有机溶剂，如氯仿、乙酸乙酯、甲苯，二甲苯2.5 kg/L，丙酮3.5 kg/L，正己烷7.5×10^{-3} kg/L

稳定性：在水中(pH=7，20℃)稳定，光照、持续高温加热(200℃)或遇强酸、强碱时分解

1　范围

本标准规定了咪鲜胺水乳剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的咪鲜胺原药与适宜的助剂配制而成的咪鲜胺水乳剂。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1601　农药pH值的测定方法

GB/T 1603　农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604　商品农药验收规则

GB/T 1605—2001　商品农药采样方法

GB/T4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 14825 农药悬浮率测定方法

GB/T 19136　农药热贮稳定性测定方法

GB/T 1913 7　农药低温稳定性测定方法

GB/T 3796　农药包装通则

3　要求

3.1　组成和外观

本品应由符合标准的咪鲜胺原药与适宜的助剂配制而成，应为稳定的液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应是均匀的。

3.2　技术指标

咪鲜胺水乳剂应符合表 1 要求。

表1　咪鲜胺水乳剂质量控制项目指标

项　　　目		指　　　标		
		25%	45%	450g/L
咪鲜胺质量分数[a]/%		$25.0^{+1.5}_{-1.5}$	$45.0^{+2.2}_{-2.2}$	$40.0^{+2.0}_{-2.0}$
或质量浓度/(g/L)		–	–	450^{+22}_{-22}
2,4,6-三氯苯酚质量分数[b]/%　　≤		0.2	0.3	
pH 值范围		5.5～8.5		
倾倒性	倾倒后残余物，%　≤	5.0		
	洗涤后残余物，%　≤	0.5		
乳液稳定性(稀释200倍)		合格		
持久泡沫量(放置 1 min)，mL　　≤		25		
热贮稳定性试验[b]		合格		
低温稳定性试验[b]		合格		
a 当质量发生争议时，以质量分数为仲裁。				
b 正常生产时2,4,6-三氯苯酚质量分数、热贮稳定性试验、低温稳定性试验每3个月至少测定一次。				

4　试验方法

4.1　抽样

按GB/T 1605—2001中“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于1000 ml。

4.2　鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与咪鲜胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中咪鲜胺的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

4.3　咪鲜胺质量分数的测定

4.3.1　方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇＋乙腈＋水为流动相，使用以 Agilent TC-C18为填料的不锈钢柱和紫外检测器(225 nm)，对试样中的咪鲜胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。也可使用毛细管气相色谱法，色谱操作条件见附录A。

4.3.2　试剂和溶液

甲醇：色谱级；

乙腈：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

咪鲜胺标样：已知质量分数，ω≥98.0%。

4.3.3　仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或工作站；

色谱柱：250 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Agilent TC-C18 、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ(甲醇∶乙腈∶水)＝30∶40∶30，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/ min；

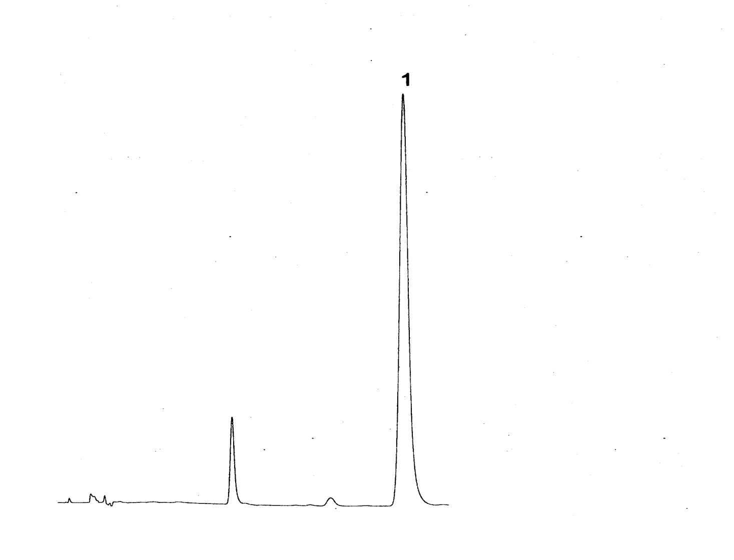
柱温：室温(温差变化应不大于2℃)；

检测波长：225 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：约12.0 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的咪鲜胺水乳剂高效液相色谱图见图1。



1—咪鲜胺

图1 咪鲜胺水乳剂的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.0002 g)咪鲜胺标样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含咪鲜胺 0.1 g(精确至 0.0002 g)的试样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针咪鲜胺峰面积相对变化小于1.5%后, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.6 计算

试样中咪鲜胺的质量分数ω_1(%)，按式(1)计算；质量浓度 ρ_1(g/L)，按式(2)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega \cdot \rho}{A_1 \cdot m_2} \times 10 \cdots\cdots (2)$$

式中：

A_1——标样溶液中，咪鲜胺峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，咪鲜胺峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ρ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升(g/mL)(按GB/T4472进行测定)；

ω——咪鲜胺标样的质量分数，以%表示。

4.3.7　允许差

咪鲜胺质量分数两次平行测定结果相对误差应不大于2.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4　2,4,6-三氯苯酚质量分数的测定

4.4.1　方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈＋水为流动相，使用以 Agilent TC-C18为填料的不锈钢柱和紫外检测器（215 nm），对试样中的2,4,6-三氯苯酚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2　试剂和溶液

乙腈：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

2,4,6-三氯苯酚标样：已知质量分数，ω≥99.0%。

4.4.3　仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：250 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Agilent TC-C18 、5 μm　填充物(或具等同效果的色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

4.4.4　高效液相色谱操作条件

流动相：ψ(乙腈：水)＝55：45，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/ min；

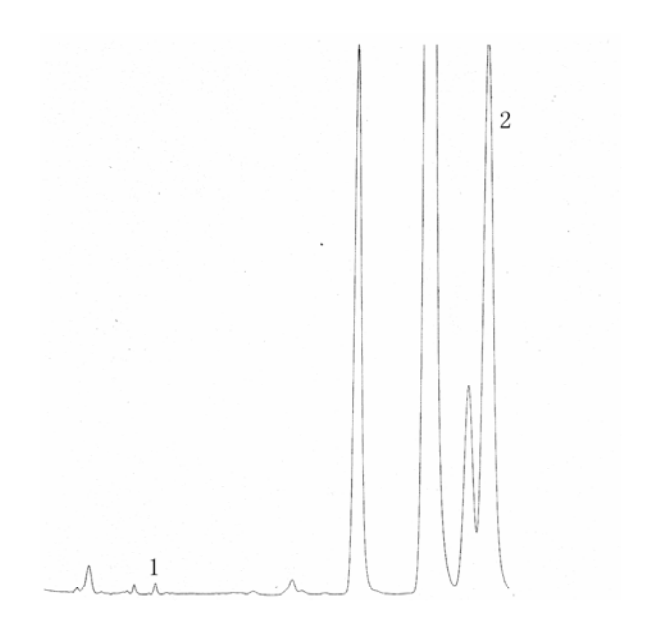
柱温：室温(温差变化应不大于2 ℃)；

检测波长：215 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：约4.0 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的咪鲜胺水乳剂中2,4,6-三氯苯酚测定的高效液相色谱图见图2。



1—2,4,6-三氯苯酚

2—咪鲜胺

图2 咪鲜胺水乳剂中 2,4,6-三氯苯酚测定的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.01 g（精确至 0.0002g）2,4,6-三氯苯酚标样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 2,4,6-三氯苯酚 0.01 g（精确至 0.0002g）的试样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针2,4,6-三氯苯酚峰面积相对变化小于1.5%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中 2,4,6-三氯苯酚峰面积分别进行平均。试样中 2,4,6-三氯苯酚的质量分数ω_2（%），按式(3)计算：

$$\omega_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (3)$$

式中：

A_1——标样溶液中，2,4,6-三氯苯酚峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，2,4,6-三氯苯酚峰面积的平均值；

m_1——2,4,6-三氯苯酚标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ω ——2,4,6-三氯苯酚标样的质量分数，以%表示。

4.4.7 允许差

两次测定结果之相对偏差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按GB/T 1601进行。

4.6 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释200倍，按GB/T 1603进行试验，上无浮油，下无沉淀为合格。

4.7　倾倒性的测定

4.7.1　方法提要

将置于容器中的水乳剂试样放置一定时间后，按照规定程序进行倾倒，测定滞留在容器内试样的量；将容器用水洗涤后，再测定容器内的量。

4.7.2　仪器

具磨口塞量筒：500 mL±2 mL；量筒高度39 cm，上、下刻度间距离25 mL(或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

4.7.3　试验步骤

混合好足量试样，及时将其中的一部分置于已经称量的量筒中(包括塞子)，装到量筒的8/10处，塞紧磨口塞，放置确定的时间(24 h)。打开塞子，将量筒由直立位置旋转135度角倾倒60s，再倒置60s，重新称量量筒和塞子。

将相当于80%量筒体积的水(20℃)倒入量筒中，塞紧磨口塞，将量筒颠倒10次后，按上述操作倾倒内容物，第三次称量量筒和塞子。

4.7.4　计算

混合好足量试样倾倒后的残余物 ω_3(%)和洗涤后的残余物 ω_4(%)分别按式(4)和式(5)计算：

$$\omega_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \cdots\cdots (4)$$

$$\omega_4 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \cdots\cdots (5)$$

式中：

m_1——量筒、磨口塞和试样的质量，单位为克(g)；

m_2——倾倒后，量筒、磨口塞和残余物的质量，单位为克(g)；

m_3——洗涤后，量筒、磨口塞和残余物的质量，单位为克(g)；

m_0——量筒、磨口塞恒重后的质量，单位为克(g)。

4.8　持久泡沫量的测定

4.8.1　方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合，静置后记录泡沫体积。

4.8.2　试剂和溶液

标准硬水：$\rho(Ca^{2+}+Mg^{2+})$=342mg/L，pH=6.0～7.0。按GB/T 14825配制。

4.8.3　仪器和器具

具塞量筒：250 mL(分度值2 mL，0～250 mL刻度线20 cm ～21.5 cm，250 mL刻度线到塞子底部4 cm ～6 cm)；

工业天平：感量0.1 g

4.8.4　测定步骤

将量筒加标准硬水至180 mL刻度线处，置量筒于天平上，称入试样1.0 g(精确至0.1 g)，加标准硬水至距离量筒底部9 cm的刻度线处，盖上塞，以量筒底部为中心，上下颠倒30次(每次2 s)。放在试验台上静置1 min，记录泡沫体积。

4.9　热贮稳定性试验

按GB/T 19136中“液体制剂”进行。热贮后咪鲜胺含量应不低于热贮前的95%，其它各项指标应符合本标准要求为合格。

4.10　低温稳定性试验

按GB/T19137中“乳剂和均相液体制剂”进行，离心管底部离析物的体积不超过0.3mL为合格。

4.11　产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 咪鲜胺水乳剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 咪鲜胺水乳剂应用聚酯瓶包装，外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱，每瓶净含量为 100 g、250 g、500 g、1000 g，每箱净含量一般不大于 10 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.3 咪鲜胺水乳剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.5 安全：本品属低毒杀菌剂。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套，穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.6 保证期：在规定的贮运条件下，咪鲜胺水乳剂的保证期，从生产日期起为二年。

附录A
(资料性附录)
毛细管气相色谱法测定咪鲜胺质量分数的方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二异辛酯为内标物，使用HP-5(5%苯甲基硅酮)键合的石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的咪鲜胺进行毛细管气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

咪鲜胺标样：已知质量分数，≥98.0%；

邻苯二甲酸二异辛酯：不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取2.5 g的邻苯二甲酸二异辛酯于500 mL的容量瓶中，用丙酮溶解、定容、摇匀。

A.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱柱：30 m×0.32 mm (i.d.) 石英毛细柱，内壁键合 HP-5(5%苯甲基硅酮)，膜厚0.25 μm；

色谱数据处理机或色谱工作站。

A.4 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱室 235、气化室 260、检测室 280；

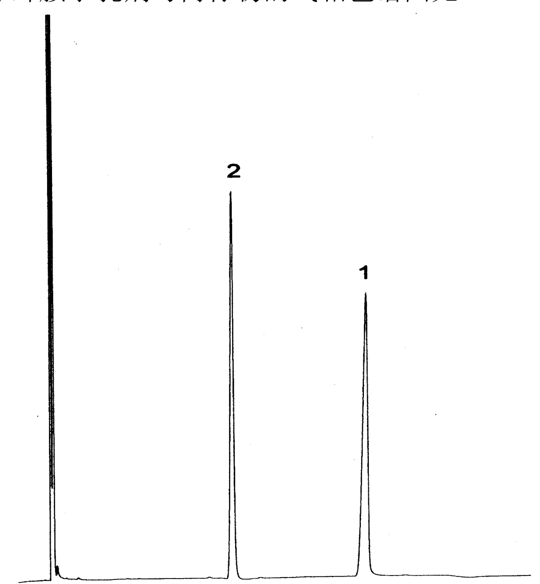
气体流量(mL/min)：载气 (N_2) 2.0、补偿气 (N_2) 25、氢气 40、空气 400；

分流比：40 : 1；

进样体积：1.0 μL；

保留时间：咪鲜胺：约 11.8 min、内标物： 约 7.3min。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的咪鲜胺水乳剂与内标物的气相色谱图见A.1。



1—咪鲜胺

2—内标物

图 A.1 咪鲜胺水乳剂与内标物的气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取咪鲜胺标样0.1 g(精确至0.0002 g)，置于一具塞玻璃瓶中，用移液管加入10 mL内标溶液，摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取含咪鲜胺0.1 g(精确至0.0002 g)的试样，置于一具塞的玻璃瓶中，用与 A.5.1 中使用的同一支移液管加入10 mL内标溶液，摇匀。

A.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针咪鲜胺与内标物的峰面积比的相对变化小于1.5%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

A.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中咪鲜胺与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中咪鲜胺质量分数$\omega_{1'}$(%)，按式(A.1)计算，质量浓度$\rho_{1'}$ (g/L)，按式(A.2)计算：

$$\omega_{1'}=\frac{\gamma_2\times m_1\times\omega}{\gamma_1\times m_2}\cdots\cdots(A.1)$$

$$\rho_{1'}=\frac{\gamma_2\cdot m_1\cdot\omega\cdot\rho}{\gamma_1\cdot m_2}\cdots\cdots(A.2)$$

式中：

r_1——标样溶液中咪鲜胺与内标物峰面积比的平均值；

r_2——试样溶液中咪鲜胺与内标物峰面积比的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ρ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升(g/ml,按GB/T4472进行测定)；

ω——标样中咪鲜胺的质量分数，以%表示 。

A.7 允许差

咪鲜胺质量分数两次平行测定结果相对误差应不大于2.5%，取其算术平均值作为测定结果。